

DERWENT-ACC-NO: 1992-152354

DERWENT-WEEK: 199726

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Reprocessing heat-stressed polyester
scrap - by chopping, melting, filtering,
increasing mol. wt. by post-condensation in melt or solid
phase, granulating and extruding

INVENTOR: DEIRINGER, G

PATENT-ASSIGNEE: HOECHST AG[FARH]

PRIORITY-DATA: 1990DE-4034459 (October 30, 1990)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PAGES	PUB-DATE	
LANGUAGE		MAIN-IPC	
EP 483665 A		May 6, 1992	G
008	N/A		
DE 59108661 G		May 22, 1997	N/A
000	C08J 011/04		
DE 4034459 A		May 7, 1992	N/A
007	N/A		
US 5225130 A		July 6, 1993	N/A
007	B29B 017/00		
JP 05154843 A		June 22, 1993	N/A
006	B29B 017/00		
EP 483665 A3		January 27, 1993	N/A
000	N/A		
EP 483665 B1		April 16, 1997	G
010	C08J 011/04		

DESIGNATED-STATES: AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL
SE AT CH DE GB LI LU

CITED-DOCUMENTS: No-SR.Pub; DE 1420366 ; DE 2904020 ; EP
336520 ; GB 2032933

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
EP 483665A		N/A	
1991EP-0118112		October 24, 1991	
DE 59108661G		N/A	
1991DE-0508661		October 24, 1991	
DE 59108661G		N/A	
1991EP-0118112		October 24, 1991	
DE 59108661G		Based on	EP 483665
	N/A		
DE 4034459A		N/A	
1990DE-4034459		October 30, 1990	
US 5225130A		N/A	
1991US-0783699		October 30, 1991	
JP 05154843A		N/A	
1991JP-0311938		October 30, 1991	
EP 483665A3		N/A	
1991EP-0118112		October 24, 1991	
EP 483665B1		N/A	
1991EP-0118112		October 24, 1991	

INT-CL (IPC): B29B017/00, B29C047/00 , B29C047/76 ,
C08G063/89 ,
C08J003/12 , C08J011/04 , C08L067/00 , C08L067/02 ,
C08L067:00

ABSTRACTED-PUB-NO: EP 483665A

BASIC-ABSTRACT:

A process involving chopping, purifying and grading is claimed for processing heat-stressed polyester scrap (I) for re-use in the prodn. of high-grade PET prods.; the chopped (I), contg. scrap of different mol. wt. and different degrees of processing, is melted and filtered to remove impurities with particle size up to 5-10 microns, then (a) the mol. wt. of the filtered melt is increased by 12-150% by post-condensation in the melt, of (b) the melt is solidified, granulated and post-condensed in the solid phase to increase the mol. wt. by 30-150%, and the prod. is granulated, fed into an extruder, mixed with original raw material and extruded to give film,

injection moulded prods.
and/or continuous castings.

USE/ADVANTAGE - The invention provides a simplified, economical process for reprocessing scrap from both low-mol. wt. polyester material (e.g. fibre, biaxially oriented film, and high-mol. wt. material (e.g. amorphous film); the low-mol. wt. material is upgraded and can be processed as prods. with a thick section and low degree of processing, which are relatively insensitive to very fine impurities. (0/0)

ABSTRACTED-PUB-NO: EP 483665B

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

Process for reclaiming thermally strained polyester waste material for reuse in the production of high-quality PET plastic articles, in which process the polyester waste material is shredded and remolten during reclamation, the melt is freed from impurities by filtering, and the molar mass of the filtered melt is increased over the initial molar mass of the filtered melt by means of melt post-condensation, characterized in that the polyester waste material, having different molar masses and degrees of conversion, is cleaned, sorted and dried to prevent chain reduction by hydrolysis, that filtering is performed down to a particle size of 5 to 10um, that the molar mass of the filtered melt is increased by 12 to 150% due to the melt post-condensation, and that the melt post-condensate is granulated and extruded together with virgin raw material to give cast films or other cast and/or moulded articles.

US 5225130A

The reclaiming of thermally strained polyester waste materials comprises (a) shredding a mixt. of polyester waste materials, the mixt.

comprising polyesters
of different mol.wts. and different deg. of conversion,
so as to form a
shredded polyester mixt., (b) melting the shredded mixt. so
as to form a molten
material, (c) filtering the molten material down to a
particle size of 5-10
microns, by removing those impurities having a particle
size of 5-10 microns
and removing those impurities having a size of over 5-10
microns, to produce a
filtered melt, (d) increasing by 12-150% as compared to the
initial mol.wt. of
the filtered melt, the average mol.wt. of the polyesters,
by post-condensn.,
to produce a condensed mixt., and (e) recovering the
condensed mixt.

Pref. post-condensn. comprises liq.-phase post-condensn.
Pref. process
additionally comprises feeding the recovered mixt. to an
extruder and extruding
it together with virgin polyester to produce an extruded
article.

USE - Polyester scraps are recycled by the process.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0 Dwg.0/0 Dwg.0/1

TITLE-TERMS: REPROCESSING HEAT STRESS POLYESTER SCRAP CHOP
MELT FILTER INCREASE
MOLECULAR WEIGHT POST CONDENSATION MELT SOLID
PHASE GRANULE EXTRUDE

DERWENT-CLASS: A23 A35

CPI-CODES: A05-E04D; A11-C03A;

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0229 1319 1462 2150 2152 2154 2155 2173 2325
2334 2370 2371 2379
2382 2394 2400 2402 2403 2441 2450 2458 2465 2510 2513 2514
2524 2542 2545 2559
2585 2595 2640 2676 3178
Multipunch Codes: 014 03- 143 144 155 163 166 169 170 171
239 344 346 352 356
357 368 385 387 392 393 394 396 398 402 405 415 417 420 421

431 435 437 450 455
456 461 476 479 481 494 512 516 523 528 575 577 583 589 687
726 131 146 215 215
215 215 217 232 233 237 237 237 238 239 240 240 240 244 245
245 246 251 251 251
252 254 254 255 258 259 264 267 317

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1992-070431

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 483 665 A2**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **91118112.1**

(51) Int. Cl.⁵: **C08J 11/04, //C08L67:00**

(22) Anmeldetag: **24.10.91**

(30) Priorität: **30.10.90 DE 4034459**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.05.92 Patentblatt 92/19

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE

(71) Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT**
Postfach 80 03 20
W-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

(72) Erfinder: **Deiringer, Günther, Dr.**
Römerstrasse 7
W-8261 Kastl(DE)

(54) **Verfahren zur Aufbereitung thermisch beanspruchter Polyester-Abfälle.**

(57) Polyester-Abfälle werden zur Aufbereitung für die Wiederverwendung bei der Produktion von hochwertigen PET-Kunststoffen gehäckselt, gereinigt, sortiert und nachkondensiert. Der Häcksel umfaßt Polyester-Abfälle mit unterschiedlichen Molmassen und Veredelungsgraden. Der Häcksel wird aufgeschmolzen und filtriert. Die filtrierte Schmelze wird entweder einer Schmelzenachkondensation mit nachfolgender Granulierung oder einer Granulierung mit anschließender Festphasennachkondensation unterzogen. Das jeweilige erhaltene Granulat wird einem Extruder zugeleitet und zusammen mit Originalrohstoff extrudiert.

EP 0 483 665 A2

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufbereitung thermisch beanspruchter Polyester-Abfälle für die Wiederverwendung bei der Produktion von hochwertigen PET-Kunststoffartikeln, bei dem die Polyester-Abfälle während der Aufbereitung gehäckselt, gereinigt und sortiert werden.

In zunehmendem Maße wird von der Industrie erwartet, daß sie ihr Engagement nicht mit der Herstellung von Produkten als beendet ansieht, sondern daß sie sich auch um die Entsorgung der Produkte nach deren Gebrauch bemüht. Ein wesentliches Problem bei der Rückführung von Kunststoffen ergibt sich durch den teilweisen Abbau der Kunststoffe bei ihrer Verarbeitung zu Gebrauchsprodukten. Infolge schlechterer optischer und mechanischer Eigenschaften nach dem Gebrauch verbietet sich im allgemeinen ein erneuter Einsatz bei der Herstellung von Produkten der gleichen Qualitätsstufe wie sie die Ausgangsprodukte hatten.

In der DE-OS 34 33 791 wird ein Verfahren zur Herstellung von in Extrudern verarbeitbarem thermoplastischem Kunststoffgranulat aus Abfallmaterial beschrieben, das bei der Extrusion von thermoplastischem Kunststoff anfällt, bei dem das Abfallmaterial zunächst zerschnitten und gegebenenfalls getrocknet wird, anschließend das zerschnittene Material verdichtet wird und danach das verdichtete Material in dem Extruder zuführbare Pellets zerkleinert wird. Bei diesem bekannten Verfahren wird im allgemeinen nur ein Abfallmaterial eines bestimmten Polymeren mit gleichbleibenden mechanischen, optischen und chemischen Eigenschaften wiederaufgearbeitet.

Aus der DE-AS 14 54 875 ist ein Verfahren zur Gewinnung von verdichtetem Material aus Kunststoffolien bzw. Kunststoffolien-Abfällen bekannt, bei dem die Kunststoffolien eingangs zerkleinert, dann in einer Agglomeriereinrichtung verdichtet werden, mittels einem Gebläse mit Förderleitung und Luftabscheider transportiert werden, wonach dann das verdichtete Material in einer Schneidmühle in Pellets zerkleinert wird, die in ihren Abmessungen in etwa den Abmessungen des Granulats des Polymerrohstoffs entsprechen.

In dem US-Patent 3,344,091 wird ein Verfahren zur Wiederverwendung von Polyester-Abfällen vorgeschlagen, bei dem die auf eine bestimmte Teilchengröße zerkleinerten Abfälle mit einem aromatischen Dicarbonsäureester und Glykol vermischt und auf eine 25 bis 50 °C über dem Siedepunkt des Glykols liegende Temperatur erhitzt werden. Nach Auflösung des Polyesters und Entfernung des Alkohols liegt ein Vorpolykondensat mit einem durchschnittlichen Polykondensationsgrad von kleiner als 10 vor, das bei weiterem Erhitzen in eine pulverförmige Masse umgewandelt wird. Diese pulverförmige Masse wird in einer inerten Atmosphäre einer Festphasenpolykondensation unterzogen. Dieses Verfahren basiert auf einem zweistufigen Prozeß, bei dem in der ersten Stufe der Abbau der Polymer-Abfälle zu einem niedermolekularen Produkt vollzogen wird, das in der zweiten Verfahrensstufe zu einem hochmolekularen Produkt polykondensiert wird. Auch bei diesem zweistufigen Verfahren, das einen Lösungs- bzw. Abbauschnitt und einen Kondensationsschnitt umfaßt, werden in erster Linie Abfälle eines einzigen Polymeren mit einem bestimmten Polykondensationsgrad einer Nachkondensation unterzogen. Der Einsatz von Polymeren-Abfällen mit unterschiedlichen Molmassen in einem Verfahrensschritt ist nicht vorgesehen.

Von den am meisten verbreiteten Kunststoffen Polyethylen, Polypropylen, Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polyethylenterephthalat bieten nur die Polykondensate im allgemeinen, d.h. Polyethylenterephthalat, die Möglichkeit, den Abbau, der durch die Herstellung und den Gebrauch von daraus hergestellten Gegenständen stattfindet, durch einen bestimmten Verfahrensschritt wieder rückgängig zu machen.

Verschiedene Polyesterprodukte, wie Fasern, Flaschen, amorphe und biaxial orientierte Polyethylenterephthalat-Folien unterscheiden sich durch ihre Molmassen, den Additivgehalt und zum Teil durch Beschichtungen, insbesondere bei biaxial orientierten PET-Folien. Diese Produkte werden im allgemeinen aus thermoplastischen Polyestern hergestellt, wobei insbesondere die Polyesterrohstoffe für die Herstellung von Folien Polyester-Homo- und -Copolymere, Gemische verschiedener Polyester sowie Abmischungen und Blends von Polyestern mit anderen Polymeren sind.

Die Herstellung der Polyester kann sowohl nach dem Umesterungsverfahren mit bekannten Katalysatoren, wie Zn-, Ca-, Mn-, Li-, Ge-Salzen, oder nach dem Direktveresterungsverfahren erfolgen. Beispiele für Polyester sind das schon erwähnte Polyethylenterephthalat, Polytetramethylenterephthalat, Poly-1,4-cyclohexyldimethyl-terephthalat, Polyethylen-2,6-naphthalat.

Die Copolyester können als Bausteine Adipinsäure, Sebasinsäure, Phthalsäure, Isophthalsäure, Sulfoisophthalsäure und andere enthalten.

Beispiele für Polymere, die in den Polyester eingearbeitet werden können, sind Polyolefin-Homo- oder -Copolymere, wie Polypropylen, Poly-4-methylpenten, Ethylen-vinylacetat-copolymere, die ihrerseits verseift sein können, Ionomere, Polyamide, Polykarbonate, fluorhaltige Polymere.

Während die niedermolekularen Produkte, wie Fasern, biaxial orientierte PET-Folien, den höchsten Veredelungsgrad besitzen, in der Praxis die Beimischung von wiederaufgearbeitetem Material kaum vertragen, bestehen die amorphen PET-Folien aus hochmolekularem Polyethylenterephthalat. Die Haupt-

menge des verarbeiteten Polyethylenterephthalats stellen die niedermolekularen Polyethylenterephthalate, da beispielsweise etwa die 12-fache Menge an biaxial orientierten PET-Folien im Vergleich zu amorphen PET-Folien zum Einsatz kommt. Daraus ergibt sich ein Überangebot an niedermolekularem PET-Abfall.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren der eingangs beschriebenen Art so zu verbessern, daß der Verfahrensablauf vereinfacht, die Verfahrensökonomie erhöht und sowohl Abfälle aus niedermolekularen als auch hochmolekularen Polyestern wiederaufgearbeitet werden können.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der Häcksel aus Polyesterabfällen mit unterschiedlichen Molmassen und Veredelungsgraden aufgeschmolzen und durch Filtrieren von Verschmutzungen bis zu einer Partikelgröße von 5 bis 10 µm befreit wird, daß die Molmasse der filtrierten Schmelze durch eine Schmelzenachkondensation um 12 bis 150 % gegenüber der Ausgangsmolmasse der filtrierten Schmelze erhöht wird, und daß das Schmelzenachkondensat granuliert und einem Extruder zugeleitet und zusammen mit Originalrohstoff zu Folien-, Spritz- und/oder Stranggußmaterial extrudiert wird.

In einer weiteren Lösung der Aufgabe wird der Häcksel aus Polyester-Abfällen mit unterschiedlichen Molmassen und Veredelungsgraden aufgeschmolzen und durch Filtrieren von Verschmutzungen bis zu einer Partikelgröße von 5 bis 10 µm befreit, wird die filtrierte Schmelze verfestigt und granuliert, das Granulat in fester Phase einer Nachkondensation unterzogen, bei der die Molmasse des Festphasenkondensats um 12 bis 150 % gegenüber der Ausgangsmolmasse des Granulats erhöht wird, und wird das aufkondensierte Granulat einem Extruder zugeleitet und zusammen mit Originalrohstoff zu Folien-, Spritz- und/oder Stranggußmaterial extrudiert.

Die weitere Ausgestaltung der Erfindung ergibt sich aus den Merkmalen der Ansprüche 3 bis 10.

Durch den Verfahrensschritt der Nachkondensation wird die Molmasse bzw. der Polykondensationsgrad der niedermolekularen Polyester-Abfälle, wie beispielsweise der Abfälle aus biaxial orientierten PET-Folien, auf das Niveau der hochmolekularen Polyester-Abfälle, beispielsweise der Abfälle aus amorphen PET-Folien, erhöht, so daß die wiederaufgearbeiteten Abfälle bei der Herstellung neuer Produkte aus hochmolekularen Kunststoffen verwendet werden können.

Das Verfahrenskonzept für die Wiederaufarbeitung basiert auf dem Verfahrensschritt der Nachkondensation, der an und für sich bei der Produktion von hochmolekularem Originalrohstoff für Polyesterprodukte obligatorisch ist.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren wird als wesentlicher Vorteil der Wiedereinsatz von Polyester-Abfällen aus verschiedenen Produktionen erzielt, wobei die üblichen Verluste in den mechanischen und optischen Eigenschaften durch Nachkondensation zum größten Teil wieder rückgängig gemacht werden können. Dabei können Abfälle von Produkten aus niedermolekularen Kunststoffen, wie Fasern und biaxial orientierte PET-Folien, mit Abfällen aus Kunststoffen, die praktisch keinen Verschnitt vertragen, zu Produkten aus hochmolekularen Kunststoffen verarbeitet werden, die infolge ihrer höheren Dicke und geringerem Veredelungsgrad nicht so empfindlich gegen feinste Verschmutzungen sind.

Im folgenden wird das Verfahren zur Aufbereitung und Wiederaufarbeitung von Polyester-Abfällen anhand eines Diagramms, ähnlich einem Flußdiagramm, näher erläutert. Das Diagramm zeigt die Verarbeitungsstufen Produktion - Verteilung - Sammlung - Zerkleinern - Aufbereitung - Schmelzen - Nachkondensation und Granulierung - neuer Rohstoff.

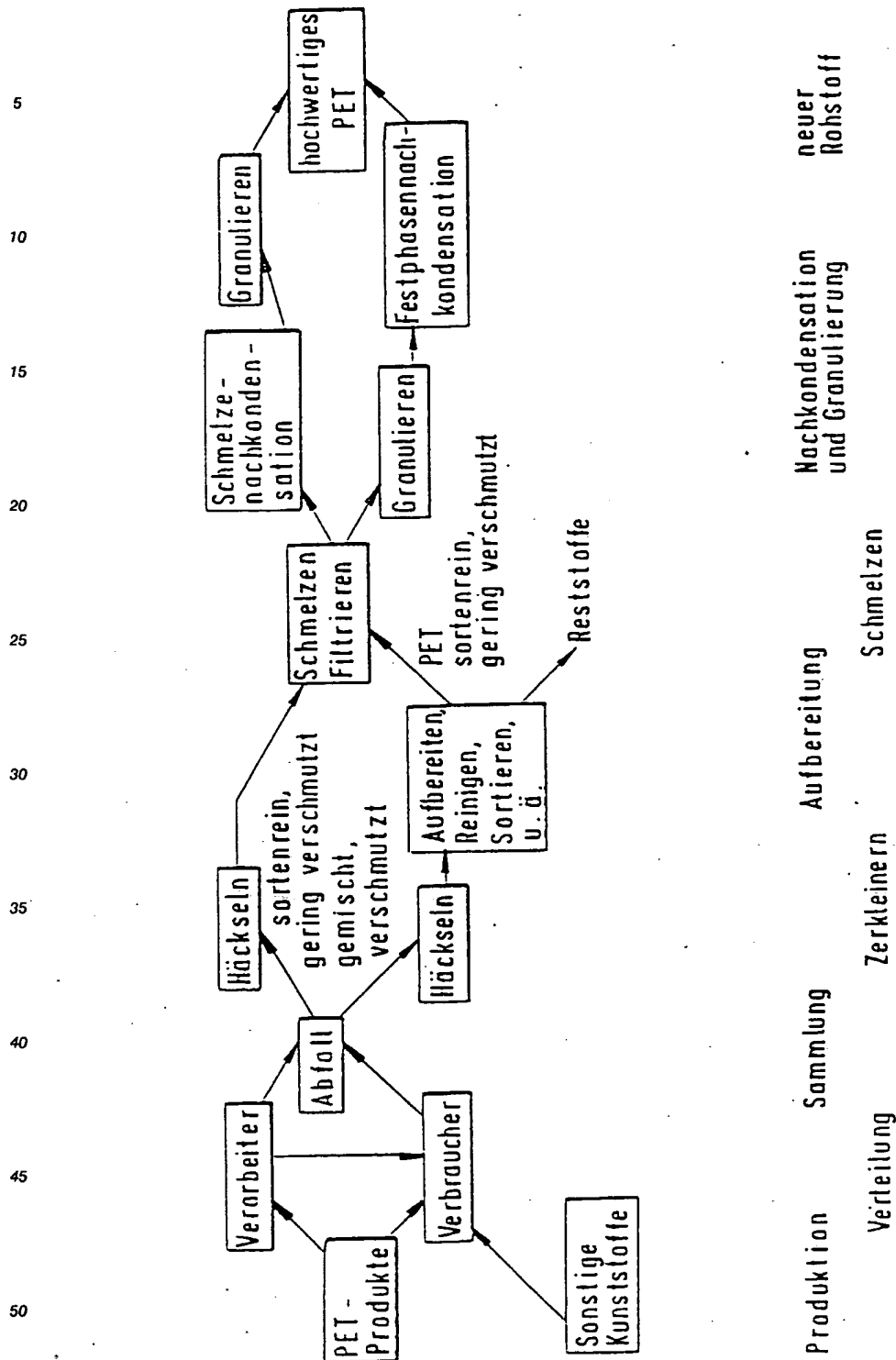
1. Produktion

Da sowohl bei den Fasern als auch bei den biaxial orientierten PET-Folien die Produkteigenschaften, wie mechanische Festigkeit und Glasklarheit, durch Verstrecken und Kristallisation erreicht werden, d.h. durch entsprechende Veredelungsschritte, genügt es im allgemeinen, als Ausgangsmaterial Polyester zu verwenden, wie sie bei der Polykondensation entstehen und die eine Molmasse - ausgedrückt durch den Spezifischen-Viskosität-Wert, bzw. abgekürzt SV-Wert - von 600 bis 800 aufweisen. Dieser Wert wird nach folgender Meßmethode bestimmt:

Lösungsviskosität einer Lösung von

1 % PET in Dichloressigsäure bei 25 °C

$$SV = \left(\frac{\text{mittlere Durchlaufzeit der Lösung}}{\text{mittlere Durchlaufzeit des Lösungsmittels}} - 1 \right) \cdot 1000$$



Die Viskosität der Polymerrohstoffe wird u.a. als reduzierte spezifische Viskosität (RSV) angegeben.
 Ihre Messung erfolgt nach DIN 53728, Blatt 3.

Für biaxial orientiert Polyesterfolien liegt der RSV-Wert im allgemeinen zwischen 0,65 (SV ca. 790) und 0,80 dl/g (SV ca. 1000), wobei hoh RSV-Wert erreicht werden, wenn der Polyesterrohstoff vor der Verarbeitung zur Folie im Vakuum gut getrocknet wird. Dadurch wird ein Kettenabbau des Polyesters durch Hydrolyse während der Verarbeitung zur Folie reduziert. Außerdem muß darauf geachtet werden, daß kein

wesentlicher Polymerkettenabbau durch eventuell zu hohe Scherkräfte während der Extrusion stattfindet.

Wird der Polyester z.B. zu wenig orientierten Folien, kristallisierten, jedoch nicht orientierten PET-Folien, Flaschen oder amorphen PET-Folien verarbeitet, so müssen die gewünschten hohen mechanischen Eigenschaften jedoch durch eine hohe Molmasse bzw. SV-Werte zwischen 1000 und 1200 erreicht werden (RSV = 0,8 bis 0,95 dl/g), wozu eine Nachkondensation erforderlich ist.

2. Verteilung

Die PET-Produkte oder Produkte aus sonstigen Kunststoffen gelangen an die Verbraucher direkt oder an Verarbeiter, die sie bedrucken, laminieren, beschichten, umformen, im Fall von Flaschen abfüllen und erst dann an die Verbraucher weitergeben.

3. Sammlung

Bei den Verarbeitern können Abfälle und Restware der PET-Produkte sortenrein gesammelt und als hochwertiger Werkstoff wieder an die Produzenten zurückgegeben werden.

Verarbeitete und/oder benutzte Ware, die durch Bedrucken, Bekleben mit Etiketten, Laminieren und ähnliche Maßnahmen bearbeitet wurden, oder von Verbrauchern gelieferte Abfälle, die meist mit anderen Kunststoffsorten gemischt sind, können erst nach speziellen Aufbereitungsverfahren wieder verwendet werden.

Sie müssen entsprechend aufbereitet, gereinigt und sortiert werden.

4. Zerkleinerung

Im allgemeinen lassen sich Abfälle im zerkleinerten Zustand besser transportieren, reinigen und sortieren. Dementsprechend werden die Abfälle gehäckselt und danach gereinigt. In speziellen Fällen ist es angebracht, das Häckseln erst nach dem Waschen vorzunehmen, beispielsweise wenn zuerst Etiketten und Schraubdeckel von Kunststoffflaschen entfernt werden oder abziehbare Lamine von dem Kunststoffprodukt abgetrennt werden müssen.

5. Aufbereitung

Sortenreines, gering verschmutztes PET-Material, wie beispielsweise Randschnitte und Restlängen, können häufig direkt wieder in den Produktionsprozeß zurückgeführt werden, falls eine gewisse Verschmutzung durch Staub, Verstippung und eine geringere mechanische und optische Qualität in Kauf genommen werden kann. Gemischter und stärker verschmutzter Abfall aus verschiedenen Polyestermaterialien muß vor den weiteren Verfahrensstufen so behandelt werden, daß ein sortenreines, gering verschmutztes PET anfällt. Mögliche Maßnahmen hierfür sind:

- Waschen mit Wasser zum Entfernen von Schmutz, mit Natronlauge zum Entfernen von Papieretiketten, mit Kohlenwasserstoff zum Entfernen von Klebeschichten und Beschichtungen,
- Sortieren mittels Zyklogen, Sedimentation, Flotation, elektrostatische bzw. magnetische Abscheider,
- Lösen in Lösungsmittel und fraktionierte Fällungen.

Die erhaltenen Reststoffe werden vor der weiteren Verarbeitung abgetrennt. Ob nicht entfernbare Restpolymere, beispielsweise Lamine, bei der Weiterverarbeitung von PET-Material stören, muß jeweils gesondert geprüft werden, und falls dies der Fall ist, müssen diese Restpolymere gleichfalls, wie die übrigen Reststoffe, vor der weiteren Verarbeitung abgetrennt werden.

6. Schmelzen

Nach erfolgter Aufbereitung wird der Häcksel aus PET-Abfällen aufgeschmolzen. Bevor es zum Schmelzen kommt, was eine stärkere thermische Beanspruchung des aufbereiteten PET-Materials mit sich bringt, wird eine Trocknung vorgenommen, beispielsweise im Vakuum, um einen Kettenabbau des Poly-

sters durch Hydrolyse während der weiteren Verarbeitung zu verhindern oder zu minimieren. Der Häcksel wird aufgeschmolzen und durch Filtrieren von Verschmutzungen bis zu einer Partikelgröße von 5 bis 10 µm befreit.

5 7. Nachkondensation und Granulierung

Die filtrierte Schmelze wird entweder als Schmelze nachkondensiert oder erstarrt und wird für eine nachfolgende Festphasennachkondensation granuliert.

Die Schmelzenachkondensation erfolgt kontinuierlich in einem Entgaser mit Käfigrührern, bei einer
10 Temperatur über dem Schmelzpunkt von PETP im Bereich von 270 ° bis 310 °C, insbesondere von ca. 280 ° bis 295 °C. Während der Schmelzenachkondensation wird die Molmasse der filtrierte Schmelze um 12 bis 150 % gegenüber der Ausgangsmolmasse der filtrierte Schmelze erhöht. Der Unterdruck liegt zwischen 0,5 und 5 mbar, und die Verweilzeit der Schmelze beträgt 1 bis 4 Stunden. Abhängig von der angestrebten Erhöhung der Molmasse, ausgedrückt durch den SV-Wert, ist ein Unterdruck von 1,5 bis 2
15 mbar, bei einer 0,5-bis 1,5-stündigen Temperaturbehandlung zwischen 280 ° und 295 °C, für eine Erhöhung des SV-Wertes von ca. 800 auf 1050 und von 3 bis 5 mbar, für eine Erhöhung des SV-Wertes von etwa 800 auf 950, bei einer Verweilzeit von 1 bis 2 Stunden, erforderlich. Das granuliert Schmelzenachkondensat wird einem Extruder zugeleitet und zusammen mit dem Originalrohstoff zu Folien- Spritz- und/oder Stranggußmaterial extrudiert.

20 Wird die filtrierte Schmelze granuliert und anschließend einer Festphasennachkondensation unterzogen, so ist hierfür ein in der Form und Größe relativ einheitliches Granulat erforderlich, da die Nachkondensation durch Diffusion erfolgt und dementsprechend gesteuert wird. Ist das Granulat unregelmäßig, so ist dann das erhaltene Produkt nach der Festphasennachkondensation bezüglich seiner Molmasse mit einer großen Schwankungsbreite behaftet.

25 Die Festphasennachkondensation erfolgt beispielsweise in kontinuierlicher Weise in einem Fließbettreaktor mit einem inerten Gas, wie z.B. Stickstoff als Wärmeträger und Spülgas. Die Temperatur beträgt zwischen 210 und 230 °C, und die Verweilzeit liegt bei ca. 8 Stunden, wenn der SV-Wert von etwa 800 auf 1050 erhöht werden soll.

Die Festphasenkondensation kann auch diskontinuierlich in einem Taumeltrockner bei einem Unterdruck
30 von etwa 0,1 mbar über eine Zeitspanne von etwa 12 Stunden betrieben werden. Die Temperatur liegt dann im Bereich zwischen 225 und 235 °C, und der SV-Wert wird von etwa 800 auf 1050 erhöht. Eine diskontinuierliche Festphasenkondensation bietet sich vor allem bei sehr unterschiedlichen Ausgangswerten und -mengen des wiederaufzuarbeitenden Kunststoffes an. Wegen der großen Variabilität der diskontinuierlichen Festphasenkondensation ist sie vor allem dann von Vorteil, wenn ständig wechselnde Molmassen,
35 Pigmente und Additive in den Abfällen vorkommen. Allgemein ist die Festphasenkondensation von Vorteil, wenn ein geringer Gehalt an Oligomeren, Acetaldehyd, Carboxylendgruppen sowie eine hohe Glasklarkeit des wiederaufbereiteten Materials verlangt wird.

8. Neuer Rohstoff

40 Je nach den Betriebsbedingungen bei der Nachkondensation läßt sich der wiederaufbereitete Kunststoff folgendermaßen einsetzen:

45

50

55

	<u>Abfall aus/SV-Wert</u>	<u>Neuer SV-Wert</u>	<u>Einsatz</u>
5	BOPET-Folien/600-800	700-900	Verbesserung der Verschnittqualität, da Viskositätsniveau dem Originalrohstoff angepaßt
10	BOPET-Folien/600-800	950-1100	Einsatz des BOPET-Abfalls für APET-Folien
15	BOPET-Folien/600-800	1100-1250	Einsatz des BOPET-Abfalls für CPET-Folien
20	APET-Folien/ 900-1100 PET-Flaschen/900-1100	1000-1100 1000-1100	Verbesserung der Verschnittqualität da Viskositäts- und Eigenschaftswerte dem Originalrohstoff angepaßt.

25 BOPET-Folie = biaxial orientierte PET-Folie
 APET-Folie = amorphe PET-Folie
 CPET-Folie = kristallisierte, jedoch nicht orientierte Folie

30 Falls nur sehr geringe Qualitätsanforderungen an das wiederaufbereitete Kunststoffmaterial gestellt werden, kann in der Praxis auch nicht aufkondensiertes amorphes PET-Material bis zu 80 Gew.% dem frischen Originalrohstoff der Basisschicht einer koextrudierten Folie beigelegt werden, und die Basisschicht mit dünnen Deckschichten aus Originalrohstoff abgedeckt werden, um die Optik zu verbessern. Da aber die
 35 Deckschichten niederviskoser sein müssen als die Basisschicht, sind die mechanischen Eigenschaften solcher Folien deutlich schlechter als der Folien, bei denen wiederaufgearbeiteter, aufkondensierter Kunststoff dem Originalrohstoff der Basisschicht hinzugefügt ist.

Patentansprüche

- 40
1. Verfahren zur Aufbereitung thermisch beanspruchter Polyester-Abfälle für die Wiederverwendung bei der Produktion von hochwertigen PET-Kunststoffartikeln, bei dem die Polyester-Abfälle während der Aufbereitung gehäckselt, gereinigt und sortiert werden, dadurch gekennzeichnet, daß der Häcksel aus Polyester-Abfällen mit unterschiedlichen Molmassen und Veredelungsgraden aufgeschmolzen und
 45 durch Filtrieren von Verschmutzungen bis zu einer Partikelgröße von 5 bis 10 µm befreit wird, daß die Molmasse der filtrierten Schmelze durch eine Schmelzenachkondensation um 12 bis 150 % gegenüber der Ausgangsmolmasse der filtrierten Schmelze erhöht wird und daß das Schmelzenachkondensat granuliert und einem Extruder zugeleitet und zusammen mit Originalrohstoff zu Folien-, Spritz- und/oder Stranggußmaterial extrudiert wird.
 2. Verfahren zur Aufbereitung thermisch beanspruchter Polyester-Abfälle für die Wiederverwendung bei der Produktion von hochwertigen PET-Kunststoffen, bei dem die Polyester-Abfälle während der Aufbereitung gehäckselt, gereinigt und sortiert werden, dadurch gekennzeichnet, daß der Häcksel aus Polyester-Abfällen mit unterschiedlichen Molmassen und Veredelungsgraden aufgeschmolzen und
 55 durch Filtrieren von Verschmutzungen bis zu einer Partikelgröße von 5 bis 10 µm befreit wird, daß die filtrierte Schmelze verfestigt und granuliert wird, daß das Granulat in f-ster Phase einer Nachkondensation unterzogen wird, bei der die Molmasse des F-sphasenkondensats um 30 bis 150 % gegenüber

der Ausgangsmolmasse des Granulats erhöht wird, und daß das aufkondensierte Granulat einem Extruder zugeführt und zusammen mit Originalrohstoff zu Folien-, Spritz- und/oder Stranggußmaterial extrudiert wird.

- 5 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schmelzenachkondensation kontinuierlich unter Umrühren und Entgasen bei einer Temperatur über dem Schmelzpunkt von PETP im Bereich von 270 ° bis 310 ° C, insbesondere zwischen 280 und 295 ° C und Unterdruck durchgeführt wird.
- 10 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Unterdruck in einem Bereich von 0,5 bis 5 mbar liegt und daß die Verweilzeit der Schmelze 1 bis 4 Stunden beträgt.
- 15 5. Verfahren nach den Ansprüchen 1, 3 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß die spezifische Viskosität (SV) bei einem Unterdruck von 1,5 bis 2 mbar und einer 0,5- bis 1,5-stündigen Temperaturbehandlung im Bereich von 280 bis 295 ° C von einem SV-Wert von etwa 800 auf 1050 erhöht wird.
- 20 6. Verfahren nach den Ansprüchen 1, 3 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß die spezifische Viskosität (SV) bei einem Unterdruck von 3 bis 5 mbar und einer 1- bis 2-stündigen Temperaturbehandlung im Bereich von 280 bis 295 ° C von einem SV-Wert von etwa 800 auf 950 erhöht wird.
- 25 7. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Festphasenkondensation in kontinuierlicher Weise in einem Fließbettreaktor mit inerten Gasen, insbesondere Stickstoff als Wärmeträger und Spülgas erfolgt.
- 30 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Betriebstemperatur der Festphasenkondensation 200 bis 250 ° C, vorzugsweise 210 ° bis 230 ° C, beträgt und die Verweilzeit bei ca. 8 Stunden liegt, um den SV-Wert von etwa 800 auf 1050 zu erhöhen.
- 35 9. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Festphasenkondensation diskontinuierlich, bei einem Unterdruck von 0,1 mbar über eine Zeitspanne von etwa 12 Stunden zur Erhöhung des SV-Wertes von etwa 800 auf 1050 betrieben wird.
- 40 10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Festphasenkondensation in einem Taumeltrockner bei 200 ° bis 250 ° C, vorzugsweise bei 225 bis 235 ° C, durchgeführt wird.
- 45
- 50
- 55